



**PATENT APPLICATION**

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

In re application of

Docket No: Q78202

Kazuyuki USUKI, et al.

Appln. No.: 10/698,549

Group Art Unit: 2651

Confirmation No.: 9938

Examiner: Not Yet Assigned

Filed: November 3, 2003

For: COMPACT REMOVABLE MAGNETIC RECORDING MEDIUM

**SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Submitted herewith is one (1) certified copy of the priority document on which a claim to priority was made under 35 U.S.C. § 119. The Examiner is respectfully requested to acknowledge receipt of said priority document.

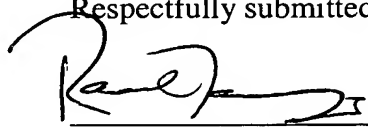
SUGHRUE MION, PLLC  
Telephone: (202) 293-7060  
Facsimile: (202) 293-7860

WASHINGTON OFFICE

**23373**

CUSTOMER NUMBER

Respectfully submitted,

 REG. NO. 47,125

for Mark Boland  
Registration No. 32,197

Enclosures: Japan 2002-332619

Date: March 3, 2004

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 2 年 1 1 月 1 5 日  
Date of Application:

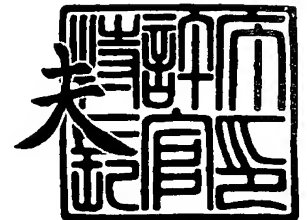
出 願 番 号                      特 願 2 0 0 2 - 3 3 2 6 1 9  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 2 - 3 3 2 6 1 9 ]

出 願 人                      富士写真フイルム株式会社  
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 1 月 2 8 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 P-43243

【提出日】 平成14年11月15日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G11B 5/851

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県小田原市扇町 2 丁目 1 2 番 1 号 富士写真フィルム株式会社内

【氏名】 臼杵 一幸

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県小田原市扇町 2 丁目 1 2 番 1 号 富士写真フィルム株式会社内

【氏名】 森脇 健一

【特許出願人】

【識別番号】 000005201

【氏名又は名称】 富士写真フィルム株式会社

【代理人】

【識別番号】 100105647

【弁理士】

【氏名又は名称】 小栗 昌平

【電話番号】 03-5561-3990

【選任した代理人】

【識別番号】 100105474

【弁理士】

【氏名又は名称】 本多 弘徳

【電話番号】 03-5561-3990

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100108589

【弁理士】

【氏名又は名称】 市川 利光

【電話番号】 03-5561-3990

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100115107

【弁理士】

【氏名又は名称】 高松 猛

【電話番号】 03-5561-3990

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100090343

【弁理士】

【氏名又は名称】 栗宇 百合子

【電話番号】 03-5561-3990

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 092740

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0003489

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 小型可換型磁気記録媒体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ディスク媒体が可換である磁気記録システムに使用されるディスク媒体において、該ディスク媒体がカートリッジ内に収められており、ディスク直径が 20 mm 以上かつ 50 mm 以下、かつ該ディスクが可とう性高分子支持体の少なくとも一方の面に、コバルトを含有する強磁性金属合金を含有する記録層を有することを特徴とする小型可換型磁気記録媒体。

【請求項 2】 記録層がコバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合物からなることを特徴とする請求項 1 記載の小型可換型磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、デジタル情報の記録に使用する小型可換型磁気記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、インターネットの普及により、パーソナル・コンピュータを用いて大容量の動画情報や音声情報の処理を行う等、コンピュータの利用形態が変化してきている。これに伴い、ハードディスク等の磁気記録媒体に要求される記憶容量も増大している。

【0003】

ハードディスク装置においては、磁気ディスクの回転に伴い、磁気ヘッドが磁気ディスクの表面からわずかに浮上し、非接触で磁気記録を行っている。このため、磁気ヘッドと磁気ディスクとの接触によって磁気ディスクが破損するのを防止している。高密度化に伴って磁気ヘッドの浮上高さは次第に低減されており、鏡面研磨された超平滑なガラス基板上に磁気記録層等を形成した磁気ディスクを用いることにより、現在では 10 nm～20 nm の浮上高さが実現されている。このようなヘッドの低浮上量化、ヘッド構造の改良、ディスク記録膜の改良等の技術革新によってハードディスクドライブの面記録密度と記録容量はここ数年で飛

躍的に増大してきた。

#### 【0004】

取り扱うことができるデジタルデータ量が増大することによって、動画データの様な大容量のデータを可換型媒体に記録して、移動させるというニーズが生まれてきた。しかしながら、ハードディスクは基板が硬質であって、しかも上述のようにヘッドとディスクの間隔が極わずかであるため、フロッピーディスクや書き換え型光ディスクの様に可換媒体として使用すると、動作中の衝撃や塵埃の巻き込みによって故障を発生する懸念が高く、使用できない。

#### 【0005】

現在市販されているフレキシブル磁気ディスクは記録膜が磁性体を高分子バインダーとともに高分子フィルム上に塗布した構造であるため、スパッタ法で磁性膜を形成しているハードディスクと比較すると、磁性層の高密度記録特性が悪く、ハードディスクの1/10以下の記録密度しか達成できていない。

#### 【0006】

DVD-R/RWに代表される追記型および書き換え型光ディスクは磁気ディスクのようにヘッドとディスクが近接していないため、可換性に優れており、広く普及している。しかしながら光ディスクは、光ピックアップの厚みとコストの問題から、高容量化に有利な磁気ディスクのように両面を記録面としたディスク構造を用いることが困難であるといった問題がある。さらに、磁気ディスクと比較すると面記録密度が低く、データ転送速度も低いため、書き換え型の大容量記録媒体としての使用を考えると、未だ十分な性能とはいえない。また光ピックアップの構造が複雑であるため、ドライブの小型化が難しいという課題もある。

#### 【0007】

デジタルカメラやデジタルビデオレコーダー用の記録媒体としては現在半導体メモリーを内蔵したスマートメディア等が主流となっているが、このような半導体メモリー媒体は記憶容量に対するコストが他の上記の磁気および光ディスク媒体と比較して非常に高く、高容量化と低価格化を同時に満たすことは難しい。

#### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】

上記の通り、大容量の書き換え可能な小型可換型磁気記録媒体は、その要求が高いものの、性能、信頼性、コストを満足するものが存在しない。そこで、本発明は上記従来技術の問題点に鑑みなされたものであり、本発明の目的は、コバルトを含有する強磁性金属薄膜を磁性層として用いることによって、高性能で高信頼性を有し、かつ安価な小型大容量可換型磁気記録媒体を提供することにある。

#### 【0009】

##### 【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、本発明の小型可換型磁気記録媒体は、ディスク媒体が可換である磁気記録システムに使用されるディスク媒体において、該ディスク媒体がカートリッジ内に収められており、ディスク直径が20mm以上かつ50mm以下、かつ該ディスクが可とう性高分子支持体の少なくとも一方の面に、コバルトを含有する強磁性金属合金を含有する記録層（磁性層または磁気記録層ともいう）を有することを特徴とする。さらに該磁性層がコバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合物からなることを特徴とする。

#### 【0010】

つまり、本発明の小型可換型磁気記録媒体は、その支持体として可とう性高分子支持体を用いるので、磁気ヘッドと磁気ディスクとの接触時の衝撃が軽減され、磁気ヘッドと磁気ディスクとが安定に接触摺動するので、安定したヘッド走行が可能となる。このため、動作中の衝撃や塵埃の混入による故障の発生を防止することができる。また、安価な可とう性高分子支持体を基材として使用できるので、安価に製造することができる。

#### 【0011】

また、本発明の小型可換型磁気記録媒体は、コバルトを含有する強磁性金属薄膜、さらにはコバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合物からなる強磁性金属薄膜磁性層を備えているので、ハードディスクのような高記録密度記録が可能となり、高容量化が可能となる。このコバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合物からなる強磁性金属薄膜はハードディスクで提案されているいわゆるグラニューラ構造であり、特開平5-73880号公報や特開平7-311929号公報に記載されているものが使用できる。

## 【0012】

特にこの様なグラニュー構造の強磁性金属薄膜を使用することによって、従来のハードディスクのような基板加熱が不要となり、基板温度が室温であっても、良好な磁気特性を達成することができる。このため、支持体が高分子フィルムであっても熱ダメージを生じることがないため、変形が無く、平坦な小型可換型磁気記録媒体を提供することが可能となる。

## 【0013】

## 【発明の実施の形態】

以下、図面を参照して、本発明の実施の形態について詳細に説明する。

本実施の形態に係る小型可換型磁気記録媒体は、図1(A)および(B)並びに図2に示すように、中心部にセンターコア2が形成されたディスク媒体1が、金属やプラスチック等で形成されたカートリッジ3内に格納されている構造である。なお、カートリッジ3には、通常、金属性のシャッタ4で覆われたアクセス窓を備えており、このアクセス窓を介して磁気ヘッドが導入されることにより、ディスク媒体1への信号記録や再生が行われる。

## 【0014】

ディスク媒体1の詳細については、図3を用いて説明する。なお、本発明の磁気記録媒体のディスク媒体1は、可とう性高分子支持体11の少なくとも一方の面に、記録層12を有するものであるが、図3では、支持体11の両面に記録層12を有するものについて示した。

図3に示すディスク媒体1は、可とう性高分子フィルムからなるディスク状支持体1の両面の各々に、少なくとも、コバルトを含有する強磁性金属薄膜からなる記録層12を有するものであるが、さらに、表面性とガスバリア性を改善する下塗り層13、磁性層12の磁気特性を改善する下地層14、磁性層12、磁性層を腐食や摩耗から保護する保護層15、及び潤滑剤の付与により走行耐久性および耐食性を改善する潤滑層16が、この順に積層されて構成されていることが好ましい。

## 【0015】

磁性層12は、ディスク面に対して垂直方向に磁化容易軸を有するいわゆる垂



直磁気記録膜でもよいし、現在のハードディスクで主流となっている面内磁気記録膜でもかまわない。この磁化容易軸の方向は下地層 14 の材料や結晶構造および磁性層 12 膜の組成と成膜条件によって制御することができる。

#### 【0016】

磁性層 12 は上記の通り、コバルトを含有する強磁性金属薄膜が使用できるが、好ましくはコバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合物からなる磁性層である。強磁性金属合金と非磁性酸化物はマクロ的には混合されているが、ミクロ的には強磁性金属合金微粒子を非磁性酸化物が被覆するような構造となっており、強磁性金属合金粒子の大きさは 1 nm から 100 nm 程度である。このような構造となることで、高い保磁力を達成でき、また磁性粒子サイズの分散性が均一となるため、低ノイズ媒体を達成することができる。

#### 【0017】

なお、本発明の小型可換型磁気記録媒体において、磁性層はコバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合物からなるものが好ましいが、非磁性酸化物を含まないものでも、勿論構わない。

#### 【0018】

コバルトを含有する強磁性金属合金としては Co と Cr、Ni、Fe、Pt、B、Si、Ta 等の元素との合金が使用できるが、記録特性を考慮すると、Co-Pt、Co-Cr、Co-Pt-Cr、Co-Pt-Cr-Ta、Co-Pt-Cr-B 等が特に好ましい。

#### 【0019】

非磁性酸化物としては Si、Zr、Ta、B、Ti、Al 等の酸化物が使用できるが、記録特性を考慮すると SiO<sub>x</sub> が最も好ましい。

#### 【0020】

コバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合比は、強磁性金属合金：非磁性酸化物＝95：5～80：20 の範囲であることが好ましく、90：10～85：15 の範囲であることが特に好ましい。これよりも強磁性金属合金が多くなると、磁性粒子間の分離が不十分となり、保磁力が低下してしまう。逆にこれよりも少なくなると、磁化量が減少するため、信号出力が著しく低下して

しまう。

#### 【0021】

非磁性酸化物を使用しない場合には、磁性粒子の分離を促進し、保持力を高めるため、基板を加熱して下地層、磁性層を成膜する必要が有る。基板の加熱温度は100℃～300℃、好ましくは150～250℃である。このように基板温度を高めることで、非磁性酸化物を混合しなくても、高い磁気特性を達成することができる。しかし、本発明で使用する非磁性支持体は可とう性高分子支持体であるため、その材料が耐熱性高分子に限定される。このような耐熱高分子としては、芳香族ポリイミド、芳香族ポリアミド、芳香族ポリアミドイミド、ポリエーテルサルホン等が挙げられる。

#### 【0022】

コバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合物からなる磁性層12の厚みとしては、好ましくは10nm～60nm、さらに好ましくは20nm～40nmの範囲である。これよりも厚みが厚くなるとノイズが著しく増加してしまい、逆に厚みが薄くなると、出力が著しく減少してしまう。

#### 【0023】

コバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合物からなる磁性層12を形成する方法としては真空蒸着法、スパッタ法などの真空成膜法が使用できる。中でもスパッタ法は良質な超薄膜が容易に成膜可能であることから、本発明に好適である。スパッタ法としては公知のCDスパッタ法、RFスパッタ法のいずれも使用可能である。スパッタ法は連続フィルム上に連続して成膜するウェブスパッタ装置が好適であるが、ハードディスクの製造に使用されるような枚様式スパッタ装置や通過型スパッタ装置も使用可能である。

#### 【0024】

スパッタ時のスパッタガスとしては一般的なアルゴンガスが使用できるが、その他の希ガスを使用しても良い。また非磁性酸化物の酸素含有率を調整するために微量の酸素ガスを導入してもかまわない。

#### 【0025】

スパッタ法でコバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の混合物から

なる磁性層を形成するためには強磁性金属合金ターゲットと非磁性酸化物ターゲットの2種を用い、これらの共スパッタ法を使用することも可能であるが、磁性粒子サイズの分散性を改善し、均質な膜を作成するため、コバルトを含有する強磁性金属合金と非磁性酸化物の合金ターゲットを用いることが好ましい。この合金ターゲットはホットプレス法で作成することができる。

#### 【0026】

支持体11は、磁気ヘッドと磁気ディスクとが接触した時の衝撃を回避するために、可とう性を備えた樹脂フィルム（可とう性高分子支持体）で構成されている。このような樹脂フィルムとしては、芳香族ポリイミド、芳香族ポリアミド、芳香族ポリアミドイミド、ポリエーテルケトン、ポリエーテルサルフォン、ポリエーテルイミド、ポリサルフォン、ポリフェニレンサルファイド、ポリエチレンナフタレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリカーボネート、トリアセテートセルロース、フッ素樹脂等からなる樹脂フィルムが挙げられる。本発明では基板を加熱することなく良好な記録特性を達成することができるため、価格や表面性の観点からポリエチレンテレフタレートまたはポリエチレンナフタレートが特に好ましい。

#### 【0027】

また、支持体11として樹脂フィルムを複数枚ラミネートしたものをを用いてもよい。ラミネートフィルムを用いることにより、支持体自身に起因する反りやうねりを軽減することができ、記録層12の耐傷性を著しく改善することができる。

#### 【0028】

ラミネート手法としては、熱ローラによるロールラミネート、平板熱プレスによるラミネート、接着面に接着剤を塗布してラミネートするドライラミネート、予めシート状に成形された接着シートを用いるラミネート等が挙げられる。接着剤の種類は、特に限定されず、一般的なホットメルト接着剤、熱硬化性接着剤、UV硬化型接着剤、EB硬化型接着剤、粘着シート、嫌気性接着剤などを使用することができる。

#### 【0029】

支持体 11 の大きさは直径 20 mm ~ 50 mm であって、厚みは、 $10\ \mu\text{m}$  ~  $200\ \mu\text{m}$ 、好ましくは  $20\ \mu\text{m}$  ~  $100\ \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは  $30\ \mu\text{m}$  ~  $70\ \mu\text{m}$  である。支持体 11 の厚みが薄いと、高速回転時の安定性が低下し、面ぶれが増加する。一方、支持体 11 の厚みが厚いと、回転時の剛性が高くなり、接触時の衝撃を回避することが困難になり、磁気ヘッドの跳躍を招く。

#### 【0030】

下記式で表される支持体の腰の強さは、 $b = 10\ \text{mm}$  での値が  $0.5\ \text{kgf/mm}^2$  ~  $2.0\ \text{kgf/mm}^2$  の範囲にあることが好ましく、 $0.7\ \text{kgf/mm}^2$  ~  $1.5\ \text{kgf/mm}^2$  がより好ましい。

#### 【0031】

$$\text{支持体の腰の強さ} = E b d^3 / 12$$

#### 【0032】

なお、この式において、 $E$  はヤング率、 $b$  はフィルム幅、 $d$  はフィルム厚さを各々表す。

#### 【0033】

支持体 11 の表面は、磁気ヘッドによる記録を行うために、可能な限り平滑であることが好ましい。支持体表面の凹凸は、信号の記録再生特性を著しく低下させる。具体的には、後述する下塗り層 13 を使用する場合は、光学式の表面粗さ計で測定した表面粗さが平均中心線粗さ  $R_a$  で  $5\ \text{nm}$  以内、好ましくは  $2\ \text{nm}$  以内、触針式粗さ計で測定した突起高さが  $1\ \mu\text{m}$  以内、好ましくは  $0.1\ \mu\text{m}$  以内である。また、下塗り層 13 を用いない場合は、光学式の表面粗さ計で測定した表面粗さが平均中心線粗さ  $R_a$  で  $3\ \text{nm}$  以内、好ましくは  $1\ \text{nm}$  以内、触針式粗さ計で測定した突起高さが  $0.1\ \mu\text{m}$  以内、好ましくは  $0.06\ \mu\text{m}$  以内である。

#### 【0034】

支持体表面には、平面性の改善とガスバリア性を目的として下塗り層 13 を設けることが好ましい。磁性層 12 をスパッタリング等で形成するため、下塗り層 13 は耐熱性に優れることが好ましく、下塗り層 13 の材料としては、例えば、ポリイミド樹脂、ポリアミドイミド樹脂、シリコン樹脂、フッ素系樹脂等を使用

することができる。熱硬化型ポリイミド樹脂、熱硬化型シリコン樹脂は、平滑化効果が高く、特に好ましい。下塗り層 13 の厚みは、 $0.1\ \mu\text{m}$ ～ $3.0\ \mu\text{m}$  が好ましい。支持体 11 に他の樹脂フィルムをラミネートする場合には、ラミネート加工前に下塗り層 13 を形成してもよく、ラミネート加工後に下塗り層 13 を形成してもよい。

#### 【0035】

熱硬化性ポリイミド樹脂としては、例えば、丸善石油化学社製のビスアリルナジイミド「BANI」のように、分子内に末端不飽和基を 2 つ以上有するイミドモノマーを熱重合して得られるポリイミド樹脂が好適に用いられる。このイミドモノマーは、モノマーの状態で支持体表面に塗布した後に、比較的低温で熱重合させることができるので、原料となるモノマーを支持体上に直接塗布して硬化させることができる。また、このイミドモノマーは汎用溶剤に溶解させて使用することができ、生産性、作業性に優れると共に、分子量が小さく、その溶液粘度が低いために、塗布時に凹凸に対する回り込みが良く、平滑化効果が高い。

#### 【0036】

熱硬化性シリコン樹脂としては、有機基が導入されたケイ素化合物を原料としてゾルゲル法で重合したシリコン樹脂が好適に用いられる。このシリコン樹脂は、二酸化ケイ素の結合の一部を有機基で置換した構造からなりシリコンゴムよりも大幅に耐熱性に優れると共に、二酸化ケイ素膜よりも柔軟性に優れるため、可とう性フィルムからなる支持体上に樹脂膜を形成しても、クラックや剥離が生じ難い。また、原料となるモノマーを支持体上に直接塗布して硬化させることができるため、汎用溶剤を使用することができ、凹凸に対する回り込みも良く、平滑化効果が高い。更に、縮重合反応は、酸やキレート剤などの触媒の添加により比較的低温から進行するため、短時間で硬化させることができ、汎用の塗布装置を用いて樹脂膜を形成することができる。また熱硬化性シリコン樹脂はガスバリア性に優れており、磁性層形成時に支持体から発生する磁性層または下地層の結晶性、配向性を阻害するガスを遮蔽するガスバリア性が高く、特に好適である。

#### 【0037】

下塗り層の表面には、磁気ヘッドと磁気ディスクとの真実接触面積を低減し、

摺動特性を改善することを目的として、微小突起（テクスチャ）を設けることが好ましい。また、微小突起を設けることにより、支持体のハンドリング性も良好になる。微小突起を形成する方法としては、球状シリカ粒子を塗布する方法、エマルジョンを塗布して有機物の突起を形成する方法などが使用できるが、下塗り層の耐熱性を確保するため、球状シリカ粒子を塗布して微小突起を形成するのが好ましい。

#### 【0038】

微小突起の高さは5 nm～60 nmが好ましく、10 nm～30 nmがより好ましい。微小突起の高さが高すぎると記録再生ヘッドと媒体のスペーシングロスによって信号の記録再生特性が劣化し、微小突起が低すぎると摺動特性の改善効果が少なくなる。微小突起の密度は0.1～100個/ $\mu\text{m}^2$ が好ましく、1～10個/ $\mu\text{m}^2$ がより好ましい。微小突起の密度が少なすぎる場合は摺動特性の改善効果が少なくなり、多過ぎると凝集粒子の増加によって高い突起が増加して記録再生特性が劣化する。

#### 【0039】

また、バインダーを用いて微小突起を支持体表面に固定することもできる。バインダーには、十分な耐熱性を備えた樹脂を使用することが好ましく、耐熱性を備えた樹脂としては、溶剤可溶型ポリイミド樹脂、熱硬化型ポリイミド樹脂、熱硬化型シリコン樹脂を使用することが特に好ましい。

#### 【0040】

支持体と磁性層との間には、下地層14を設けることが好ましい。下地層14としてはCrまたはCrとTi、Si、W、Ta、Zr、Mo、Nb等から選ばれる金属との合金、Ru、Cなどを挙げることができる。これらの物質は単独で用いてもよく、二層以上を組合せて用いてもよい。この様な下地層14を用いることによって、磁性層の配向性を改善できるため、記録特性が向上する。下地層の厚みは10 nm～200 nmが好ましく、20 nm～100 nmが特に好ましい。

#### 【0041】

また、下地層14と磁気記録層12の間には、下地層14の結晶性を改善す

るために、シード層（図示せず）を設けることができる。シード層には、Ta、Ta-Si、Ni-P、Ni-Alなどを使用することができる。

#### 【0042】

保護層15は、磁性層12に含まれる金属材料の腐蝕を防止し、磁気ヘッドと磁気ディスクとの擬似接触または接触摺動による摩耗を防止して、走行耐久性、耐食性を改善するために設けられる。保護層には、シリカ、アルミナ、チタニア、ジルコニア、酸化コバルト、酸化ニッケルなどの酸化物、窒化チタン、窒化ケイ素、窒化ホウ素などの窒化物、炭化ケイ素、炭化クロム、炭化ホウ素等の炭化物、グラファイト、無定型カーボンなどの炭素等の材料を使用することができる。

#### 【0043】

保護層としては、磁気ヘッド材質と同等またはそれ以上の硬度を有する硬質膜であり、摺動中に焼き付きを生じ難くその効果が安定して持続するものが、摺動耐久性に優れており好ましい。また、同時にピンホールが少ないものが、耐食性に優れておりより好ましい。このような保護層としては、CVD法で作製されるDLC（ダイヤモンドライクカーボン）と呼ばれる硬質炭素膜が挙げられる。

#### 【0044】

保護層は、性質の異なる2種類以上の薄膜を積層した構成とすることができる。例えば、表面側に摺動特性を改善するための硬質炭素保護膜を設け、磁気記録層側に耐食性を改善するための窒化珪素などの窒化物保護膜を設けることで、耐食性と耐久性とを高い次元で両立することが可能となる。

#### 【0045】

保護層15上には、走行耐久性および耐食性を改善するために、潤滑層16が設けられる。潤滑層16には、公知の炭化水素系潤滑剤、フッ素系潤滑剤、極圧添加剤等の潤滑剤が使用される。

#### 【0046】

炭化水素系潤滑剤としては、ステアリン酸、オレイン酸等のカルボン酸類、ステアリン酸ブチル等のエステル類、オクタデシルスルホン酸等のスルホン酸類、リン酸モノオクタデシル等のリン酸エステル類、ステアリルアルコール、オレイ

ルアルコール等のアルコール類、ステアリン酸アミド等のカルボン酸アミド類、ステアリルアミン等のアミン類などが挙げられる。

#### 【0047】

フッ素系潤滑剤としては、上記炭化水素系潤滑剤のアルキル基の一部または全部をフルオロアルキル基もしくはパーフルオロポリエーテル基で置換した潤滑剤が挙げられる。パーフルオロポリエーテル基としては、パーフルオロメチレンオキシド重合体、パーフルオロエチレンオキシド重合体、パーフルオロ $n$ -プロピレンオキシド重合体 ( $\text{CF}_2\text{CF}_2\text{CF}_2\text{O}$ ) $_n$ 、パーフルオロイソプロピレンオキシド重合体 ( $\text{CF}(\text{CF}_3)\text{CF}_2\text{O}$ ) $_n$ 、またはこれらの共重合体等である。具体的には、分子量末端に水酸基を有するパーフルオロメチレン-パーフルオロエチレン共重合体（アウジモント社製、商品名「FOMBLIN Z-DOL」）等が挙げられる。

#### 【0048】

極圧添加剤としては、リン酸トリラウリル等のリン酸エステル類、亜リン酸トリラウリル等の亜リン酸エステル類、トリチオ亜リン酸トリラウリル等のチオ亜リン酸エステルやチオリン酸エステル類、二硫化ジベンジル等の硫黄系極圧剤などが挙げられる。

#### 【0049】

上記の潤滑剤は単独もしくは複数を併用して使用することができ、潤滑剤を有機溶剤に溶解した溶液を、スピンコート法、ワイヤーバーコート法、グラビアコート法、ディップコート法等で保護層15表面に塗布するか、真空蒸着法により保護層15表面に付着させればよい。潤滑剤の塗布量としては、 $1 \sim 30 \text{ mg/m}^2$ が好ましく、 $2 \sim 20 \text{ mg/m}^2$ が特に好ましい。

#### 【0050】

また、耐食性をさらに高めるために、防錆剤を併用することが好ましい。防錆剤としては、ベンゾトリアゾール、ベンズイミダゾール、プリン、ピリミジン等の窒素含有複素環類およびこれらの母核にアルキル側鎖等を導入した誘導体、ベンゾチアゾール、2-メルカプトンベンゾチアゾール、テトラザインデン環化合物、チオウラシル化合物等の窒素および硫黄含有複素環類およびこの誘導体等が



挙げられる。これら防錆剤は、潤滑剤に混合して保護層 15 上に塗布してもよく、潤滑剤を塗布する前に保護層 15 上に塗布し、その上に潤滑剤を塗布してもよい。防錆剤の塗布量としては、 $0.1 \sim 10 \text{ mg/m}^2$  が好ましく、 $0.5 \sim 5 \text{ mg/m}^2$  が特に好ましい。

### 【0051】

#### 【実施例】

以下に、本発明の具体的実施例を説明するが、本発明はこれに限定されるべきものではない。

#### （実施例 1）

厚み  $52 \mu\text{m}$ 、表面粗さ  $R_a = 1.4 \text{ nm}$  のポリエチレンナフタレートフィルム上に 3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、塩酸、アルミニウムアセチルアセトネート、エタノールからなる下塗り液をグラビアコート法で塗布した後、 $100^\circ\text{C}$  で乾燥と硬化を行い、厚み  $1.0 \mu\text{m}$  のシリコン樹脂からなる下塗り層を作成した。この下塗り層上に粒子径  $25 \text{ nm}$  のシリカゾルと前記下塗り液を混合した塗布液をグラビアコート法で塗布して、下塗り層上に高さ  $15 \text{ nm}$  の突起を  $10 \text{ 個}/\mu\text{m}^2$  の密度で形成した。この下塗り層は支持体フィルムの両面に形成した。次に図 4 に示したウェブスパッタ装置 21 にこの原反 24 を設置し、水冷したキャン上にフィルム（原反 24）を密着させながら搬送し、下塗り層上に、DC マグネトロンスパッタ法で  $\text{Cr}:\text{Ti} = 80:20 \text{ mol}$  比からなる下地層を  $60 \text{ nm}$  の厚みで形成し、引き続き（ $\text{Co}:\text{Pt}:\text{Cr} = 70:20:10 \text{ mol}$  比）： $\text{SiO}_2 = 88:12 \text{ mol}$  比からなる磁性層を  $25 \text{ nm}$  の厚みで形成した。この下地層、磁性層はフィルムの両面に成膜した。次にこの原反をウェブ式の CVD 装置に設置し、エチレンガス、窒素ガス、アルゴンガスを反応ガスとして用いた RF プラズマ CVD 法で  $\text{C}:\text{H}:\text{N} = 62:29:7 \text{ mol}$  比からなる窒素添加 DLC 保護層膜を  $10 \text{ nm}$  の厚みで形成した。なおこのとき磁性層には  $-400 \text{ V}$  のバイアスを印加した。この保護層もフィルムの両面に成膜した。次にこの保護層表面に分子末端に水酸基を有するパーフルオロポリエーテル系潤滑剤（モンテフルオス社製 FOMBLI N Z-DOL）をフッ素系潤滑剤（住友スリーエム社製 HFE-7200）に

溶解した溶液をグラビアコート法で塗布し、厚み 1 nm の潤滑層を形成した。この潤滑層もフィルムの両面に形成した。次にこの原反から 1.8 inch サイズのディスクを打ち抜き、これをテープバーニッシュした後、金属製カートリッジに組み込んで、小型可換型磁気記録媒体を作製した。

### 【0052】

#### (実施例 2)

実施例 1 において下塗り層を形成した原反から直径 130 mm の円盤状シートを打ち抜き、これを円形のリングに固定した。このシートに対してバッチ式スパッタ装置を用いて、実施例 1 と同一組成の下地層、磁性層を両面に形成し、さらに CVD 装置で保護層膜を形成した。このシート状にディップコート法で実施例 1 と同一の潤滑層を形成した。次にこのシートから 1.8 inch サイズのディスクを打ち抜き、これをテープバーニッシュした後、金属製カートリッジに組み込んで、小型可換型磁気記録媒体を作製した。

### 【0053】

#### (評価)

##### ①磁気特性

保磁力  $H_c$  を VSM で測定した。

##### ②面ぶれ

作製したディスク媒体を 3000 rpm で回転させ、半径位置 25 mm の位置における面ぶれをレーザー変位計で測定した。

##### ③ C/N

再生トラック幅 2.2  $\mu\text{m}$ 、再生ギャップ 0.26  $\mu\text{m}$  の MR ヘッドを用いて、線記録密度 130 k FCI の記録再生を行い、再生信号／ノイズ (C/N) 比を測定した。なおこのとき回転数は 3000 rpm、半径位置は 20 mm、ヘッド加重は 3 gf とした。

### 【0054】

##### ④モジュレーション

前記 C/N 測定の際の再生出力をディスク一周について計測 (エンベロープ) し、この出力の Min/Max 比を計測した。

## ⑤ 耐久性

作製したディスクを上記③の測定状態で記録再生を繰り返し行いながら走行させ、出力が初期値-3 dBとなった時点で走行を中止し、耐久時間とした。なお環境は23℃50%RHとし、試験は最大100時間とした。

【0055】

実施例1および2の小型可換型磁気記録媒体の評価結果を下記表1に示す。

【0056】

【表1】

表1					
	Hc kA/m	面ぶれ $\mu\text{m}$	C/N dB	MDN %	耐久 時間
実施例1	199	25	0	95	>300
実施例2	206.4	30	+0.5	92	>300

【0057】

上記結果からわかるように本発明の小型可換型磁気記録媒体は、記録特性と耐久性にともに優れていることがわかる。

【0058】

【発明の効果】

本発明の小型可換型磁気記録媒体は、カートリッジ内に収められているディスク媒体が可とう性高分子支持体の少なくとも一方の面に、コバルトを含有する強磁性金属合金を含有する記録層を有することによって、高性能で高信頼性を有し、かつ安価である。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の小型可換型磁気記録媒体の例を示す概念図である。

【図2】

本発明の小型可換型磁気記録媒体の1例を示す断面概念図である。

【図3】

本発明の小型可換型磁気記録媒体のディスク媒体の層構造を示す断面概念図で

ある。

【図 4】

実施例で用いたウェブスパッタ装置の概念図である。

【符号の説明】

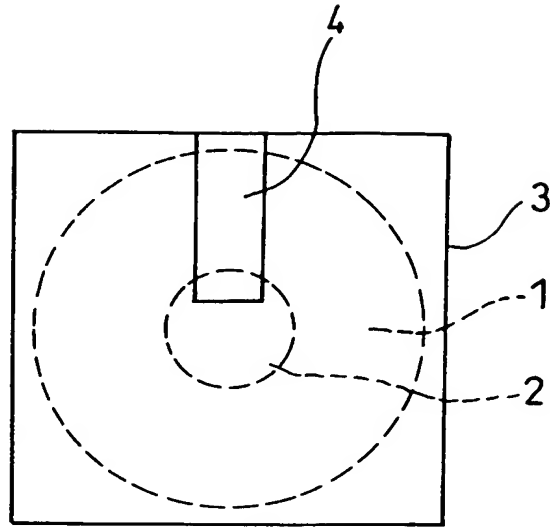
- 1 ディスク媒体
- 2 センターコア
- 3 カートリッジ
- 4 シャッター
- 11 支持体
- 12 磁性層
- 13 下塗り層
- 14 下地層
- 15 保護層
- 16 潤滑層
- 21 ウェブスパッタ装置
- 22 真空室
- 23 巻き出しロール
- 24 原反
- 25 A, 25 B 張力調製ロール
- 26 成膜室
- 27 A, 27 B, 27 C, 27 D スパッタリング気体供給管
- 28 A, 28 B 成膜ロール
- 29 A, 29 B, 29 C, 29 D 下地層スパッタリング装置

【書類名】

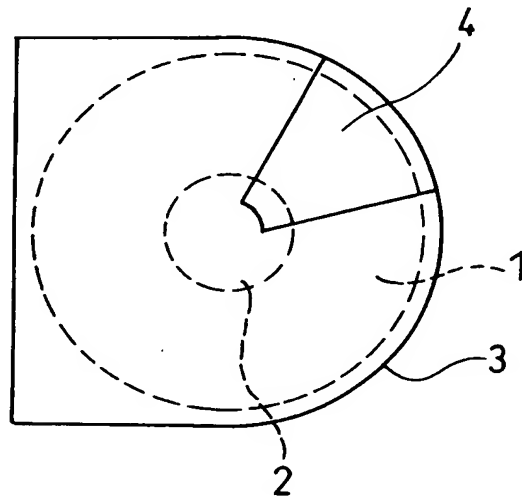
図面

【図 1】

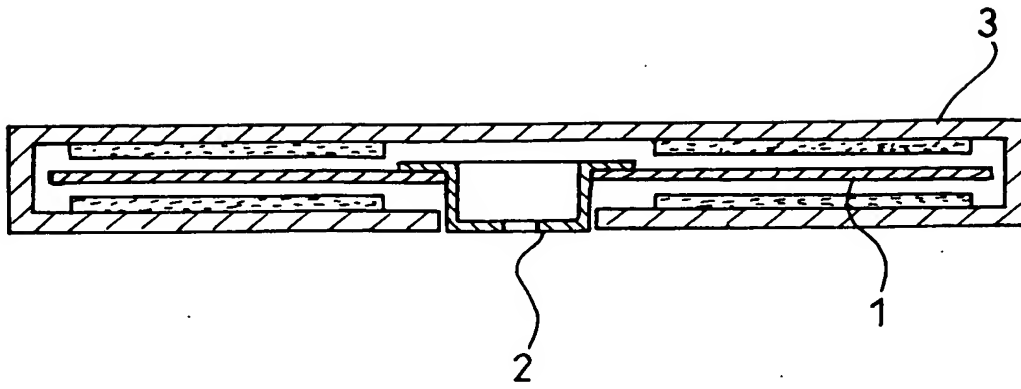
(A)



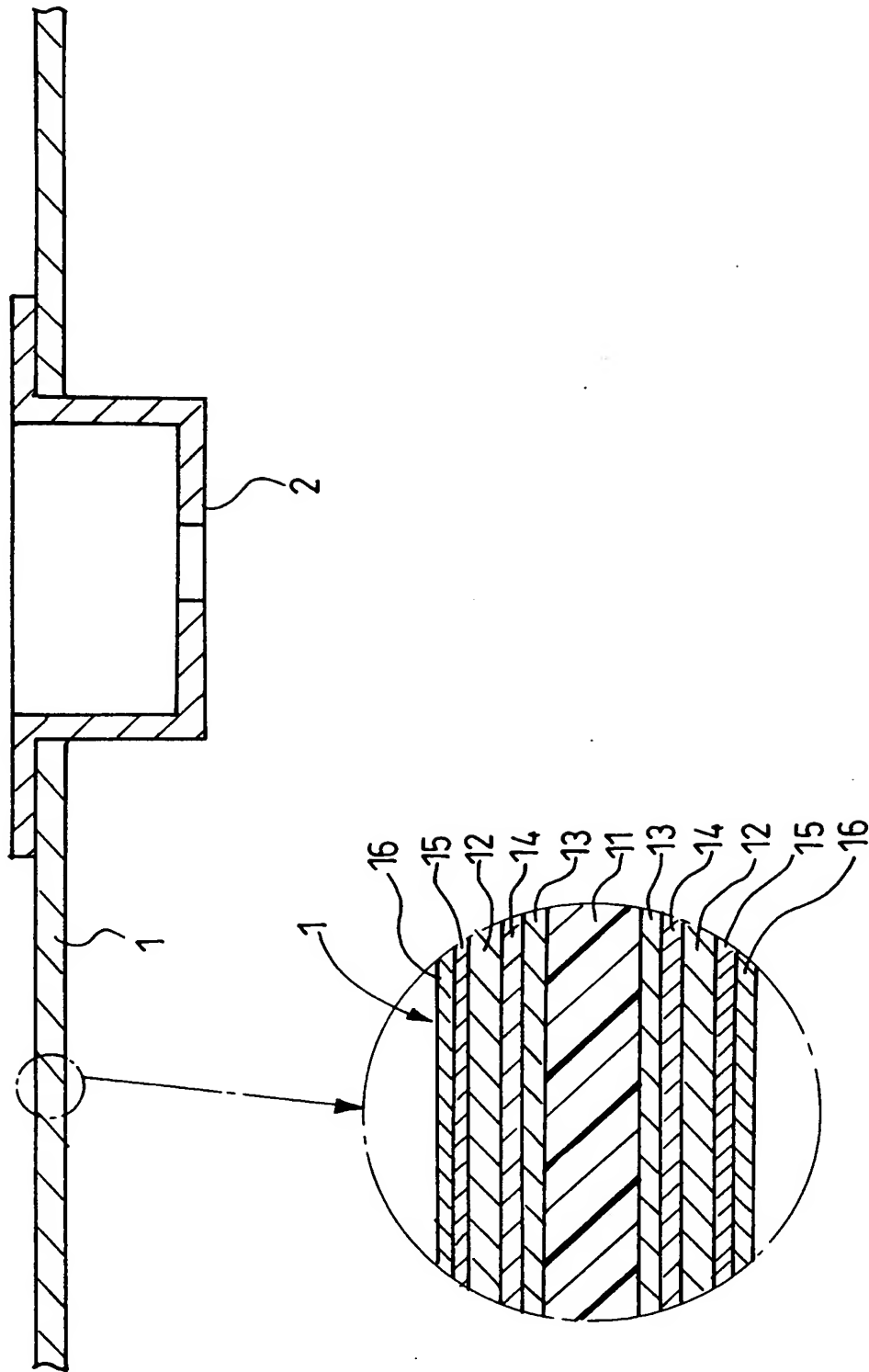
(B)



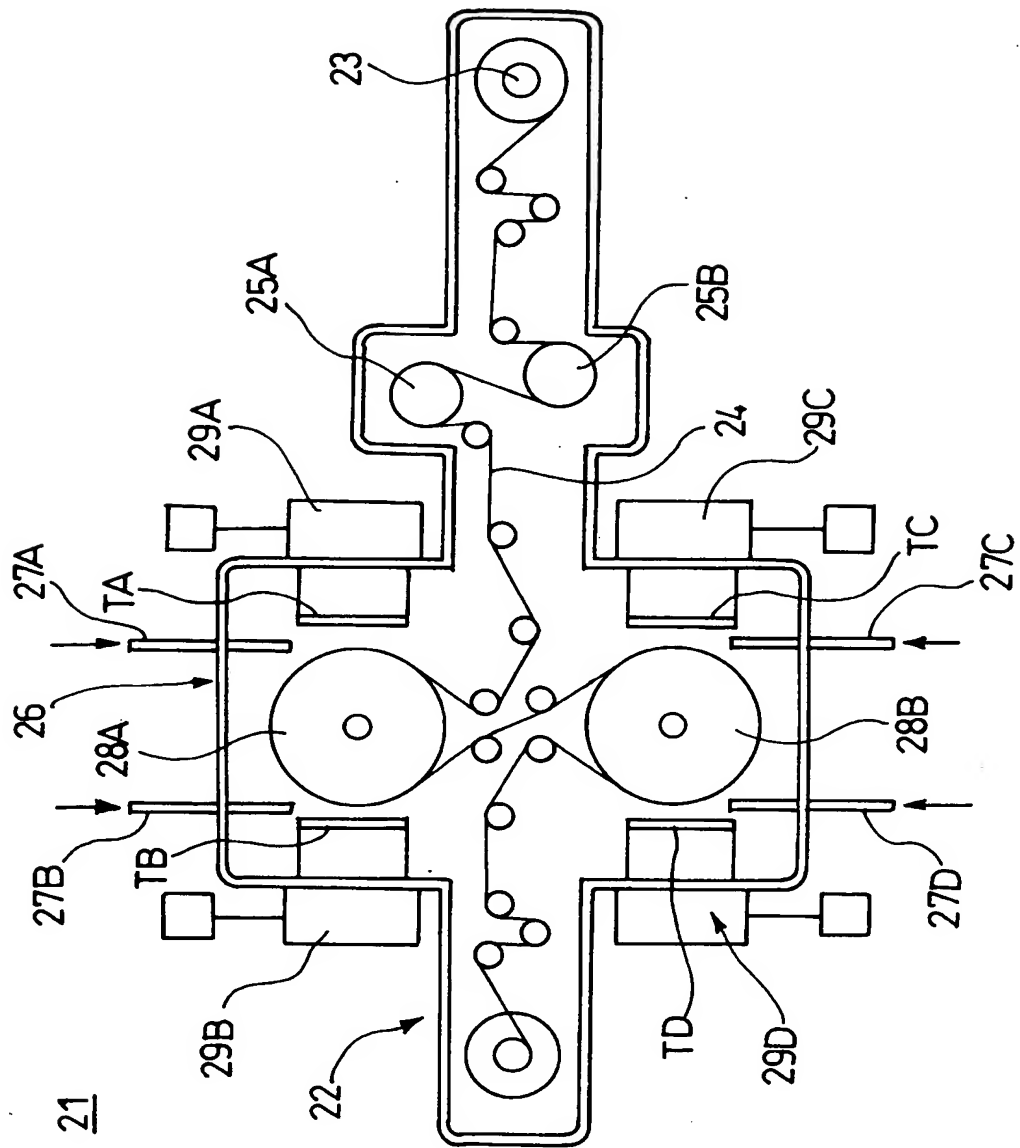
【図 2】



【図 3】



【図 4】





## 【書類名】

## 要約書

## 【要約】

【課題】 高性能で高信頼性を有し、かつ安価な小型高容量可換型磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 ディスク媒体 1 が可換である磁気記録システムに使用されるディスク媒体において、該ディスク媒体 1 がカートリッジ 3 内に収められており、ディスク直径が 20 mm 以上かつ 50 mm 以下、かつ該ディスクが可とう性高分子支持体の少なくとも一方の面に、コバルトを含有する強磁性金属合金を含有する記録層を有することを特徴とする。

## 【選択図】

図 1

特願 2 0 0 2 - 3 3 2 6 1 9

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 5 2 0 1 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 1 4 日

[変更理由]

新規登録

住 所

神奈川県南足柄市中沼 2 1 0 番地

氏 名

富士写真フイルム株式会社